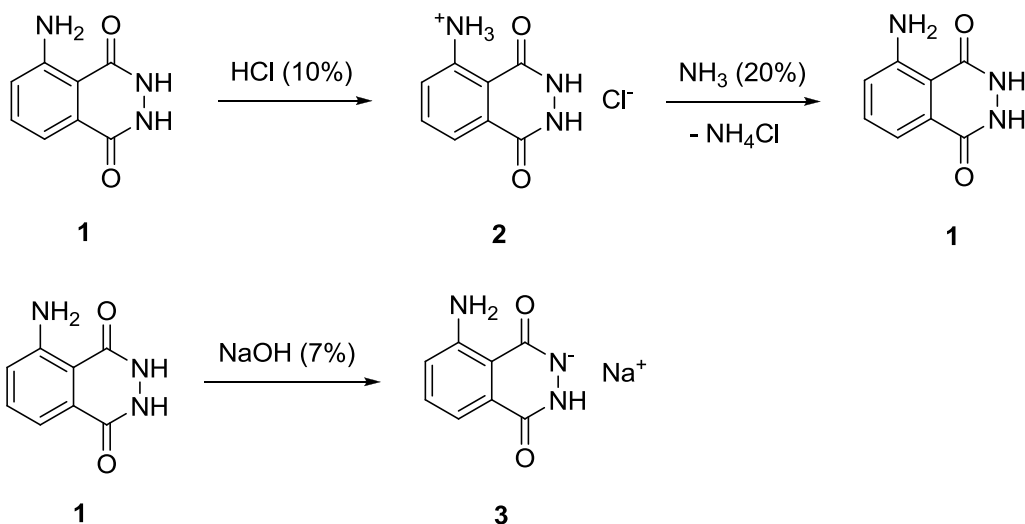


ОПТИМИЗИРОВАННЫЙ МЕТОД ОЧИСТКИ ЛЮМИНОЛА

Люминол (**1**) – органическое соединение, характерным свойством которого является интенсивная хемилюминесценция, возникающая в присутствии окислителей в щелочной среде. Люминол используется в качестве хемилюминесцентного индикатора в различных видах титрования, для определения микроколичеств перекиси водорода и ее свободных радикалов, ионов переходных металлов, гемоглобина, некоторых других органических и неорганических соединений. В педагогической практике это соединение интересно для постановки демонстрационных экспериментов, поскольку при его окислении наблюдается яркое свечение.

Одной из существенных проблем при работе с люминолом является его нестойкость при длительном хранении. Образующиеся продукты разложения либо окисления становятся гасителями люминесценции, свечение становится малоинтенсивным либо и вовсе не наблюдается. Поэтому очистка препарата перед экспериментом имеет важное значение. Результаты нашего исследования могут быть полезны для учебных и научных лабораторий, располагающих старыми запасами люминола, утратившего активность. Несложными операциями из такого препарата можно выделить чистое соединение и использовать его наравне со свежим продуктом.

Объектом исследования стал люминол производства СССР, который не давал свечения в стандартных демонстрационных экспериментах. Попытка регенерировать препарат согласно методике из справочника по очистке реактивов [1], включающей растворение вещества в водной щелочи, последующее перемешивание с активированным углем и высаживание кислотой, оказалась безуспешной. После этих операций возвращалось исходное вещество, не дающее свечения, практически без потери массы. Другой известный метод очистки [2], предполагающий кристаллизацию люминола из водного раствора NaOH в виде моноватриевой соли, также оказался неэффективным. Мы не получили никаких кристаллов (видимо, большое количество примесей затрудняло кристаллизацию натриевой соли люминола).



Оказалось, что эффективная очистка возможна путем перевода люминола в раствор в виде гидрохлорида **2** действием горячей соляной кислоты. При этом оставалось большое количество нерастворившихся в кислоте примесей, которые отделяли фильтрованием. Прозрачный раствор нейтрализовали добавлением водного аммиака. При значениях pH, близких к нейтральному, высаждался люминол. Изменение pH контролировали по лакмусу, однако, поскольку использовали достаточно концентрированные растворы кислоты и основания, было трудно зафиксировать точку нейтрализации.

Наиболее простым решением оказалось нейтрализовать избыток внесенного аммиака небольшим количеством уксусной кислоты. Количество высажденного люминола составило менее половины от массы исходного препарата, однако он уже давал заметную хемилюминесценцию. Дальнейшую очистку проводили трехкратной кристаллизацией моноватриевой соли люминола из 7% раствора NaOH. В этот раз кристаллическая соль образовалась легко и перекристаллизовалась с суммарным выходом около 50% (после высушивания в эксикаторе).

Использование люминола в виде моноватриевой соли **3** позволило значительно увеличить яркость свечения в хемилюминесцентных экспериментах, кроме этого натриевая соль в сравнении с самим люминолом хорошо и быстро растворяется в воде.



RealChemistry